

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 08 F 8/42  
B 01 J 20/26

識別記号

庁内整理番号

7167-4J  
7106-4G

⑭ 公開 昭和61年(1986)9月19日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 高吸水性ポリマーの製造法

⑯ 特 願 昭60-52357

⑰ 出 願 昭60(1985)3月18日

⑱ 発 明 者 伊 藤 喜 一 四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社技術開発研究所内

⑲ 発 明 者 芝 野 毅 四日市市東邦町1番地 三菱油化株式会社技術開発研究所内

⑳ 出 願 人 三菱油化株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 中谷 守也

明 細 書

1. 発明の名称

高吸水性ポリマーの製造法

2. 特許請求の範囲

1) カルボキシル基及び/又はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマーを、水の存在下で一般式



(式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1~3の整数を示す。)で表わされるシランカップリング剤で処理することとを特徴とする高吸水性ポリマーの製造法。

2) 高吸水性ポリマーが、アクリル酸及び/又はメタクリル酸にもとづくカルボキシル基及び/又はアルカリ金属のカルボキシレート基を含有するポリマーである特許請求の範囲第1項記載の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(a) 発明の目的

本発明は吸水速度が速く、かつ吸水ゲル強度の高い高吸水性ポリマーの製造法に関する。

(産業上の利用分野)

本発明の製造法で得られる高吸水性ポリマーは、多量の水を短時間に吸水して膨潤するが、水に不溶であり、かつ吸水して膨潤したポリマーゲルの強度が高いから、各種の吸水性材料又は吸水して膨潤した状態で使用する各種の材料等の製造に有利に使用することができる。

(従来技術)

従来、紙、パルプ、不織布、スポンジ状ウレタン樹脂等は、保水剤として生体用ナフタン、紙オシメ等をはじめとする各種の衛生材料及び各種の農業用材料等として使用されてきた。しかし、これらの材料はその吸水量が自重の10~50倍程度にすぎないので、多量の水を吸収又は保持せしめるためには、多量の材料が必要であり、著しくかさ高になるばかりでなく、吸水した材料を加圧すると簡単に水分を分離する等の欠点があつた。

この種の吸水材料の上記の欠点を改善するもの

として、近年、高吸水性の種々の高分子材料が提  
出されている。たとえば、でん粉のグラフト重合  
体（特公昭53-48188号公報等）、セルロー  
ス重合体（特開昭50-80376号公報等）、水  
溶性高分子の架橋物（特公昭43-23462号公  
報等）、自己架橋型アクリル酸アルカリ金属塩ポ  
リマー（特公昭54-30710号公報等）等が提  
出された。

しかし、これらの高吸水性高分子材料は、吸水  
能が低かつたり、或いは吸水能が高くて、吸水  
速度が遅かつたり、水と混合した場合にいわゆる  
“立ちこ”（すなわち水腫同吸水むら）を生ずる  
などのために、効率的に吸水を行なわせることが  
できず、吸水に長時間を必要とするなどの欠点があ  
つた。そのために、かかる従来の高吸水性高分子  
材料は、生体用ナプキン、尿オシメなどのよう  
な一度に多量の水を吸収し、かつ即時的な吸水能  
が要求される用途には不向きであつた。

一般に、親水性重合体の水への分散性、溶解性、  
又は吸水速度等を向上させる目的で、親水性重合

体にソルビタンモノステアレート等の界面活性剤、  
非揮発性炭化水素又はステアリン酸カルシウム粉  
末等を加えて、重合体塊を乳化する方法が  
知られているが、この方法を高吸水性ポリマーに  
適用した場合には、水へのごく初期の分散性が改  
善されるものの、吸水速度の向上効果があるより明  
確でなく、むしろかえつて“立ちこ”を生ぜしめ  
る欠点があつた。

また、高吸水性ポリマーの吸水速度を速めるた  
めに、架橋密度を高めてポリマーの親水性を低下  
させることも知られているが、この方法は吸水速  
度をやや向上させることができるが、その向上効  
果が限定的といえず、かえつて逆に吸水能を著しく  
低下させる欠点があつた。

（発明が解決せんとする問題点）

本発明は吸水速度が速く、かつ吸水ポリマーゲ  
ル強度の高い高吸水性ポリマーを容易に調製する  
方法を提供しようとするものである。

(b) 発明の概要

（問題点の解決手段）

本発明者は、前記の問題点を解決するために  
種々研究を重ねた結果、カルボキシル基及び／又  
はカルボキシレート基を含有する高吸水性ポリマ  
ーを、特定のシランカップリング剤で処理すれば、  
容易にその目的を達成できることを知り、本発明  
に到達したのである。

すなわち、本発明の高吸水性ポリマーの調製法  
は、カルボキシル基及び／又はカルボキシレート  
基を含有する高吸水性ポリマーを、水の存在下で  
一般式



（式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応  
しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは  
加水分解性基を示し、nは1～3の整数を示す。）  
で置換されるシランカップリング剤で処理するこ  
とを特徴とする方法である。

本発明の調製法における原料の高吸水性ポリマ  
ーとしては、カルボキシル基及び／又はカルボキ  
シレート基を含有する高吸水性ポリマーであれば、  
なんでも使用することができる。かかる高吸水性

ポリマーの例としては、たとえばアクリル酸（塩）  
重合体、メタクリル酸（塩）重合体、アクリル酸  
（塩）／メタクリル酸（塩）共重合体、でん粉／  
アクリル酸（塩）グラフト共重合体、でん粉／ア  
クリル酸エステルグラフト共重合体のケン化物、  
でん粉／メタクリル酸メチルグラフト共重合体の  
ケン化物、メタクリル酸メチル／即置ビニル共重  
合体のケン化物、アクリル酸メチル／即置ビニル  
共重合体のケン化物、でん粉／アクリロニトリル  
グラフト共重合体のケン化物、でん粉／アクリル  
アミド、グラフト共重合体のケン化物、でん粉／  
アクリロニトリル-2-アクリルアミド-2-メ  
チルプロパンスルホン酸グラフト共重合体のケン  
化物、でん粉／アクリロニトリル／ビニルスルホ  
ン酸グラフト共重合体のケン化物等の各重合体の  
架橋物、さらにアクリル酸で架橋されたポリエチ  
レンオキシド、ナトリウムカルボキシメチルセル  
ロースの架橋物等があげられる。また前記のアク  
リル酸（塩）やメタクリル酸（塩）の重合体（共  
重合体を含む）は、アクリル酸（塩）やメタクリ

ル酸(塩)に、生成吸水性ポリマーの性能を低下  
させない塩類の塩のマレイン酸(塩)、イタコン  
酸(塩)、アクリルアミド、2-アクリルアミド  
-2-メチルプロパンスルホン酸、2-アクリロ  
イルエタンスルホン酸、2-メタタロイルエタン  
スルホン酸、2-ヒドロキシエチルアクリレート、  
又は2-ヒドロキシエチルメタクリレート等のコ  
モノマーを共重合させた共重合体であつても可  
えがない。

本発明において原料の高吸水性ポリマーとして  
用いられる前記の各組の重合体の架橋物は、種々  
の手段で架橋物とすることが出来る。その架橋手  
段としては、たとえば重合体分子の高度重合化に  
よる分子鎖のからまり、或いは架橋架橋による自  
己架橋、或いは前記各組モノマーと共重合可能な  
ジビュル化合物、例えばN, N'-メチレンビス(メ  
タ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコ  
ールジ(メタ)アクリレート等による架橋、また  
重合体の官能基、例えばカルボキシレート基と  
反応しうる多官能性化合物、例えば(ポリ)グリ

シジルエーテル類、ハロエポキシ化合物、ポリア  
ルデヒド類、ポリオール類、ポリアミン類等を加  
えて反応せしめて架橋化する方法、さらに重合体  
中に存在する官能基間の反応、例えばカルボキシ  
ル基と水酸基によるエステル化等に基づく架橋等  
があげられる。

また、本発明の原料の高吸水性ポリマーがカル  
ボキシレート型すなわち塩型の場合としては、ナ  
トリウムやカリウム等のアルカリ金属塩型のもの、  
マグネシウムやカルシウム等のアルカリ土類金属  
塩型等があげられるが、特に好ましいのはアルカ  
リ金属塩型のものである。

本発明の製造法で用いられる前記の一般式(1)で  
表わされるシランカップリング剤における官能基  
Xとしては、たとえばグリシジル基、アミノ基及  
びメルカプト基などがあげられ、它た加水分解性  
基Yとしては、たとえばアルコキシ基及びアセト  
キシ基などがあげられる。そのシランカップリン  
グ剤(1)の具体例としては、γ-グリンドキシプロ  
ピルトリメトキシシラン、γ-グリンドキシプロ

ピルメチルジエトキシシラン、β-(3, 4-エ  
ポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラ  
ン、γ-(2-アミノエチル)アミノプロピルト  
リメトキシシラン、γ-(2-アミノエチル)ア  
ミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-アミ  
ノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル-  
γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メル  
カプトプロピルトリメトキシシラン、γ-メル  
カプトプロピルメチルジメトキシシラン、γ-タ  
ロプロピルトリメトキシシラン、γ-タロプロ  
ピルメチルジメトキシシラン、オクタデシルジ  
メチル〔3-(トリメトキシシリル)プロピル〕  
アンモニウムクロライドなどがあげられる。

本発明における高吸水性ポリマーのシランカッ  
プリング剤による処置は、水の存在下で行なわせ  
るのを必須とする。水の不存在下でシランカッ  
プリング剤処置をしても所期の目的を達成するこ  
とができない。

その水の存在下のシランカップリング剤処置は  
種々の態様において実施することが出来る。その

処置態様例としては、たとえば高吸水性ポリマー  
の乾燥物にシランカップリング剤と水との混合物  
を添加して加温して水を蒸発させてもよい、高  
吸水性ポリマー粉末を不活性溶媒中に添加してス  
ラリー状とし、このスラリーにシランカップリン  
グ剤と水の混合物を添加して遠流下に加温処理す  
るか、若しくは前記のスラリーにシランカップリ  
ング剤と水の混合物を添加して、水及び不活性溶  
媒を蒸発させてもよい。また、高吸水性ポリマー  
の製造工程で得られた高吸水性ポリマー及び水を  
含有する反応生成液に、直接にシランカップリン  
グ剤を添加して、遠流下に加温するか、若しくは  
シランカップリング剤を添加した反応生成液を加  
熱して蒸発させてもよい。これらの各場合にかい  
て、シランカップリング剤とともに、さらに一従  
的にシラノール縮合触媒として知られているジブ  
テルナサジラウレート、ジブテルナサジアセテ  
ート、ジブテルナサジオクトエート等を添加して  
処置をすれば、より効果的に吸水速度の速い高吸  
水性ポリマーとすることができる。

前記の各地型において使用する不活性溶媒としては、たとえばメタノール、エタノール等のアルコール類；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類；ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、ジオクサン、テトラヒドロフラン等のエーテル類； $\alpha$ -ペンタン、 $n$ -ヘキサン、 $n$ -ヘプタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、 $\alpha$ -シレン等の炭化水素類；四塩化炭素、塩化メチレン、クロロホルム、エチレンジクロライド等のハロゲン化炭化水素類等があげられる。

前記の処型におけるシランカップリング剤の使用量は、高吸水性ポリマーの粒型、存在せしめる水の量、不活性溶媒の粒型及び量等によつても多少異なるが、通常、高吸水性ポリマーに対して0.001~10.0重量部、好ましくは0.01~3重量部である。同使用量が少なすぎると吸水速度及びゲル化度の向上効果が得られなくなり、多すぎると処型後のポリマーの吸水能が低下する。

また、前記の処型において存在せしめる水の量は、高吸水性ポリマーに対して0.5~300重量部、

処型反応が進行しやすくなる反面において、処理物質量が多くなり、粒型等の容積効率が低くなり、処型コストが高くなるなど、工賃的に不利となる。

シランカップリング剤と併用することのある前記のシラノール結合溶媒の使用量は、シランカップリング剤に対して、通常0.1~500重量部、好ましくは1~100重量部である。

本発明における水の存在下のシランカップリング剤による処型温度は、シランカップリング剤の粒型、不活性溶媒の粒型と量、水の存在量、及び高吸水性ポリマーの粒型等によつても異なるが、一般に一般的に規定できないが、通常20~180℃、好ましくは50~150℃の範囲から適宜に規定される。

#### (実施例等)

以下に、高吸水性ポリマー製造例及び実施例をあげてさらに詳述する。

#### 高吸水性ポリマー製造例1

特開昭59-236885号公報の実施例1にもと

好ましくは5~100重量部である。水の量が少なすぎると、高吸水性ポリマーが処型時に凝縮状態にならないために、シランカップリング剤との反応が有効に進行せず、処型に長時間を要するなど、工賃的に不利となる。また、水の量が多すぎると、得られるポリマーのゲル化度が向上するが、シランカップリング剤による吸水速度の向上効果が低下し、少量のシランカップリング剤が必要になるし、ポリマーの吸水能も低下する。

前記の処型において使用する不活性溶媒は、1粒型を用いてもよいし、2粒型以上を適宜に併用してもよい。不活性溶媒の使用量は、高吸水性ポリマーの粒型や不活性溶媒の粒型等によつても異なるが、高吸水性ポリマーに対して、通常10~5000重量部、好ましくは50~500重量部である。不活性溶媒の使用量が少ないと、処型において処理物質量が少なくなり、処型後の容積効率がよくなるが、処型時の高吸水性ポリマーの分散性が悪くなるために、処型反応が有効に進行しなくなる。また、不活性溶媒の使用量が多すぎると、

より高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、攪拌機、冷却器、温度計、真空ガスを導入する付設した容量1ℓの四つ口丸底フラスコに、シクロヘキサン375gを入れ、ソルビタシモノステアレート4.5gを添加して溶解させたのち、真空ガスを吹き込み、初存温度を退出した。

別に、容量500mlのフラスコ中でアクリル酸75gを外周より冷却しながら、これに水201gを溶解した31.2gの苛性ソーダを加え、カルボキシル基の74.9gを中和した。この場合の水に対するモノマー濃度は30重量部に相当する。次いで、これに過硫酸カリウム0.25gを加えて溶解させたのち、真空ガスを吹き込んで初存温度を退出した。

前記の四つ口フラスコの内容物を添加し、攪拌して分散させ、真空ガスをバブリングさせながら加熱によりフラスコ内温を昇温させたところ、60℃付近に達してから内温が急激に上昇し、随分後には75℃に達した。次いで、その内温を60~65℃に保持し、かつ攪拌しながら4時間反応させた。なお、

攪拌は 250 rpm で行なつた。

4 時間反応させた後攪拌を停止すると、固相ポリマー粒子がフラスコの底に沈降したので、デカンテーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。分離した固相ポリマーを減圧乾燥機に移し、80～90℃に加温して付着したシクロヘキサン及び水を除去したところ、さらさらとした容易に粉砕できる塊を含む粉末ポリマーが得られた。

#### 高吸水性ポリマー製造例 2

特公開 54-30710 号公報の実施例 1 にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、攪拌機、真空冷却器、筒下ポート、真空ガス導入管を付した 500 ml の四つ口丸底フラスコにローヘキサン 228 ml を入れ、ソルビタンモノステアレート 1.8 g を添加して溶解させたのち、真空ガスを吹き込んで溶解反応を退出した。

別に、三角フラスコ中でアクリル酸 30 g を外筒より氷浴しながら、これに水 3 g に溶解した 13.1 g の濃度 9.5 重量% の水溶液を加えて、カルボキシル基の 7.5 g を中和した。水相中の

リウム 0.1 g を加え、攪拌して室温で溶解させた。

別に、予め系内を真空ガス置換した真空冷却器付きの 500 ml フラスコに、シクロヘキサン 183.6 g、及び HLB が 8.69 のソルビタンモノラウレート 1.9 g を仕込み、室温で攪拌して界面活性剤を溶解させたのち、前述の過酸化カリウムを添加したアクリル酸の部分中和液を筒下して添加させた。再び系内を真空ガスで充分に置換したのち、昇温して油浴温度を 55～60℃に保持しながら、3 時間反応させた。生成した重合液を減圧下で蒸発乾燥することにより、微細粒状の乾燥ポリマーを得た。

#### 高吸水性ポリマー製造例 4

特公開 52-25886 号公報の実施例 9 にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、1.5 g のトクマロコシでん粉及び 116 g の水を、攪拌機、真空吹き込み管、真空計を備えた反応器に仕込み、真空雰囲気下で 80℃で 1 時間攪拌した。得られたでん粉糊を 30℃に冷却したのち、1.5 g のアクリル酸、1.5 g のアクリル

ノマー酸は 4.5 g を加え、攪拌した。次いで、過酸化カリウム 0.1 g を加えて溶解したのち、真空ガスを吹き込んで、溶解する反応を退出した。

この三角フラスコの内容物を、上記の四つ口フラスコに加えて分液させ、真空ガスを少量ずつ導入しながら、かつ油浴によりフラスコの内温を 60～65℃に保持しながら、6 時間反応を行なわせた。反応系は攪拌を停止すると固相ポリマー粒子が容易に沈降分離する固相系となつた。n-ヘキサンを減圧下で留去し、残った固相ポリマーを 80～90℃の温度で減圧下で乾燥した。生成ポリマーは、さらさらとした容易に粉末化しうる塊を含む粉末として得られた。

#### 高吸水性ポリマー製造例 3

特公開 58-131608 号公報の実施例 1 にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、アクリル酸 30 g を容積 100 ml のフラスコに入れ、冷却しながら攪拌下に 22.6 g の苛性ソーダ水溶液 98.7 g を筒下して、アクリル酸の 80 g を中和した。次いで、これに過酸化カ

リウム、0.15 g のカルシウムオキソド、重合触媒として 0.15 g の過酸化アンモニウム及び 0.015 g の重過硫酸ナトリウムを添加し、40℃で 3 時間攪拌して重合させたところ、反応液は厚力のある白色固状物となつた。

得られた白色固体を 80～90℃で減圧乾燥し、粉砕して粉末状にした。この粉末に 5 g 水酸化ナトリウムの水/メタノール混合溶液（水対メタノール重量比 1 対 5）146.3 g を加え、室温下で 1 時間放置後、80～90℃で減圧乾燥し、粉砕したところ、多少褐色を呈した粉末ポリマーが得られた。

#### 高吸水性ポリマー製造例 5

特公開 52-27455 号公報の実施例 3 にもとづいて高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、酢酸ビニル 60 g とアクリル酸メタール 40 g に、重合開始剤として過酸化ベンゾイル 0.5 g を加え、これを分液安定剤として部分ケン化ポリビニルアルコール 3 g を含む水 300 ml 中に分散せしめ、65℃で 6 時間重合反応させたのち、

生成ポリマーを析出し、乾燥した。

次いで、このポリマー25gを800mlのメタノールに加温溶解させ、40gの苛性ソーダ水溶液を58.1ml添加して、80℃で5時間ケン化反応させた。反応終了後のケン化物をメタノールで洗浄したのち、減圧乾燥して粉末状ポリマーを得た。

#### 高吸水性ポリマー製造例8

特開昭58-71907号公報の実施例11にもとづき高吸水性ポリマーを製造した。

すなわち、アクリル酸30gを炭イオン水9.24gに加え、さらにこれに中和剤として硫酸8gの水酸化カリウム20.6gとN,N'-メチレンビスアクリルアミド0.00832gとを順次に添加し、混合モノマー酸度70重量部のアクリル酸カリウム水溶液(中和度78%)を添加した。

この水溶液を70℃に保温し、これに水1.0gに2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩化塩0.208gを溶解した溶液を加え、直ちに内容積10mlの円筒状反応槽の底部面上に脱下圧をかけた(反応槽は予め70℃に保温しておいた)。

製造例3と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例4~6

製造例4~6と同様にして得られた各乾燥ポリマーをそれぞれ原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、各乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例7

製造例1と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランの使用量を0.0524gに変更し、ジラクリン酸-ジ-n-ブテルナズを全く添加しないで、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例8

製造例2と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例7と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例9

攪拌機に混合が開始され、約1分以内に反応が開始し、混合槽で溶解した乾燥ポリマーが得られ、これを粉砕して粉末状ポリマーとした。

#### 実施例1

前記の製造例1と同様の方法で得られた乾燥ポリマー20gを300mlのナス図フラスコに加えた。次いで、シクロヘキサン28gを加えてスラリーとした。このスラリーを攪拌しながら水4.5gに $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.0262g及びジラクリン酸-ジ-n-ブテルナズ0.0048gを溶解した混合液を添加し、室温で約30分間攪拌した。次いで、80℃の油浴中にフラスコを没入し、106℃まで昇温してから同油浴温度を保持しながら減圧して腐蝕乾燥させて、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例2

製造例2と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、そのほかは実施例1と同様にして処理をし、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例3

製造例1と同様にして得られた混合反応液から水を180g留出して除いた後の液に、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランを0.205g、ジラクリン酸-ジ-n-ブテルナズを0.021g添加し、充分に混合したのち、80℃の油浴に没入し、油浴温度を106℃まで昇温してから、同油浴温度を保持しながら減圧にして腐蝕乾燥させて、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例10

製造例2と同様にして得られた混合反応液から水を30g留出して除いた後の液に、 $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランを0.075g、ジラクリン酸-ジ-n-ブテルナズを0.0075g添加し、充分に混合したのち、80℃の油浴に没入し、油浴温度を106℃まで昇温してから、同油浴温度を保持しながら減圧にして腐蝕乾燥させて、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例11

製造例1と同様にして得られた乾燥ポリマーを原料として使用し、かつシランカップリング剤と

して $\alpha$ -(2-アミノエチル)アミノプロピトリメトキシシランを使用し、そのほかは実施例1と同様に処理をし、乾燥ポリマーを得た。

#### 実施例12

実施例1と同様に処理された乾燥ポリマーを原料として使用し、かつシランカップリング剤として $\alpha$ -クロロプロピトリメトキシシランを使用し、そのほかは実施例1と同様に処理をし、乾燥ポリマーを得た。

以上の各実施例で得られたポリマー及び各実施例で得られたポリマーについて、下記の純水吸水能、食塩水吸水能、吸水速度、ささこ塊度及び吸水ゲル強度の各試験を行なった。その結果は図1図に示すとおりであった。

#### A 純水吸水能

1gのビーカーにポリマー約0.5g及び純水約1gをそれぞれ秤量して入れて混合してから、約60分間放置して水でポリマーを完全に膨潤させた。次いで、100メッシュフルイで水切りをしたのち、その干過量を秤量し、下記式にしたがつ

て純水吸水能を算出した。

$$\text{純水吸水能 (g/g 樹脂)} = \frac{\text{仕込水重 (g)} - \text{干過液重 (g)}}{\text{仕込ポリマー重 (g)}}$$

#### B 食塩水吸水能

300mlのビーカーにポリマー約0.5g及び0.9g/gの食塩水約200gをそれぞれ秤量して入れ、混合してから約60分間放置して、食塩水によつてポリマーを充分に膨潤させた。次いで、100メッシュフルイで水切りをしたのち、その干過食塩水重を秤量し、下記式にしたがつて食塩水吸水能を算出した。

$$\text{食塩水吸水能 (g/g 樹脂)} = \frac{\text{仕込食塩水重 (g)} - \text{干過液重 (g)}}{\text{仕込ポリマー重 (g)}}$$

#### C 吸水速度

300mlのビーカーに0.9g/gの食塩水を約200g秤量して入れ、これにポリマー約0.5gを秤量して添加し、分散させ、所定の各時間（1分、3分、5分）放置して膨潤させた。所定の各時間後に100メッシュフルイで水切りをしたのち、干過量を秤量し、上記Bにおける計算式によつ

て各時間毎の吸水能を求めて比較する。

#### D ささこ塊度

ポリマー0.5gをシャーレにとり、200mlの食塩水をピペットで滴下して添加し、そのときさまと塊度の発生の有無を肉眼で調べた。

#### E 吸水ゲル強度

ポリマーに自重の200倍量の純水を加えて吸水せしめ、得られた吸水ゲルの弾性力を指で押えることによつて吸水ゲルの強度を調べて、下記の基準にしたがつて評価した。

×：弱い

△：やや弱い

○：普通

◎：やや強い

⊙：強い

第 1 表

ポリマー 種類	純水吸水能 (g/g 樹脂)	食塩水吸水能 (g/g 樹脂)	吸水速度 (g/g 樹脂)			ままと現象	吸水ゲル強度
			1 分	3 分	5 分		
製造例 1	1881.0	167.0	26.5	44.8	49.7	あり	×
" 2	450.0	82.0	10.2	19.9	20.6	"	△
" 3	983.4	92.6	18.7	27.2	30.8	"	×~△
" 4	350.5	88.0	18.0	18.0	19.3	"	△~○
" 5	823.6	50.9	9.8	14.6	18.3	ややあり	○~◎
" 6	512.6	75.0	16.6	19.6	21.0	あり	×
製造例 1	885.3	103.1	86.6	95.0	100.8	なし	○
" 2	389.5	60.6	53.4	64.6	85.0	"	◎~◎
" 3	795.6	89.3	78.2	86.1	88.6	"	○~◎
" 4	335.2	55.3	30.6	34.8	36.0	"	◎
" 5	488.0	50.8	26.3	30.6	35.6	"	◎
" 6	440.8	68.0	68.0	67.6	69.0	"	◎
" 7	9050.5	102.6	90.8	92.6	93.0	"	○~◎
" 8	398.0	38.5	54.0	54.3	54.8	"	◎
" 9	852.1	68.3	78.3	82.6	88.6	"	○~◎
" 10	398.8	61.6	54.6	55.0	58.2	"	◎
" 11	1254.3	115.2	68.6	80.6	85.6	"	○
" 12	1061.3	108.3	66.3	75.4	80.6	"	○

## (c) 発明の効果等

本発明の製造によれば、吸水能が高いばかりでなく、吸水速度が速くて、吸水時にままと現象を起さずに速やかに吸水することができ、しかも高い吸水ゲル強度を示す優れた高吸水性ポリマーを簡単な方法で容易に製造することができる。そして、この高吸水性ポリマーは、その優れた性能を適用して、生薬用ナプキンや紙オシメ等をはじめとする種々の衛生材料、及び土壌改良剤や保水材料等をはじめとする園芸用又は農業用等の各種の材料の製造に有利に使用することができる。

特許出願人 三菱油化株式会社

代理人 弁理士 中 谷 守 也